

알콕사이드로부터 Al_2O_3 -SiC 복합재료의 제조 및 특성

II. 피복형 Al_2O_3 -SiC 복합분말의 합성

이홍림 · 김규영

연세대학교 공과대학 세라믹공학과
(1993년 2월 10일 접수)

Synthesis and Properties of Al_2O_3 -SiC Composites from Alkoxides

II. Synthesis of Coated Type Al_2O_3 -SiC Composite Powders

Hong Lim Lee and Kyu Young Kim

Dept. of Ceramic Engineering, Yonsei University

(Received February 10, 1993)

요 약

피복형 Al_2O_3 -SiC 복합분말을 합성하기 위한 표면개질법을 사용하였다. α - Al_2O_3 로의 전이온도는 Al_2O_3 단미가 1150°C 정도인데 비해 SiC 조성이 5, 15, 25 wt%로 증가함에 따라 각각 1200, 1250, 1300°C로 증가하였으며 α - Al_2O_3 의 seeding에 의해서 α - Al_2O_3 로의 전이온도를 감소시킬 수 있었다. FTIR 데이터 분석 및 전자현미경 관찰 결과 SiC 입자 주변에는 Al_2O_3 입자로 효과적으로 피복되어 있음을 알 수 있었다.

ABSTRACT

Coated type Al_2O_3 -SiC composite powders were synthesized by surface modification method. Transformation temperature to α - Al_2O_3 of Al_2O_3 monolith was 1150°C whereas increased to 1200, 1250, 1300°C with increment of SiC content to 5, 15, 25 wt%. Transformation temperature to α - Al_2O_3 was lowered by α - Al_2O_3 seeding. FTIR data analysis and electron micrographs showed that Al_2O_3 particles were effectively coated on SiC particles.

1. 서 론

복합분말은 크게 분산형, 피복형 및 기계적 혼합분말의 3가지 형태로 구분된다. 이 중 피복형 복합분말은 core 입자 주위를 피복하거나 미립자가 응집하여 둘러싼 경우의 2가지로 구분되며 이것을 Fig. 1에 나타내었다. 이러한 피복형 복합분말(coated type composite powders)은 화학적 안정성, 산화저항성 및 분산성의 향상으로 인해 분산상이 균일하게 분포된 미세구조를 얻을 수 있다. 이러한 형태의 복합분말은 CVD 등의 기상법 또는 표면개질법(surface modification method), hetero 응집법 등의 액상법을 통해 얻을 수 있으며 주로 소결조제의 첨가법이나 이차상의 분산 또는 계면반응을 통한 표면개질이 주목적이다. 액상법을 사용한 분말의 합성시에는 콜로이드입자를 안정하게 액중에 분산시키기 위해 입자의 표면전하 거동을 파악할 필요가 있다. 따라서 electro-

static stabilization 또는 steric stabilization을 이용하여 분말을 안정하게 분산시키는 연구가 활발하게 진행되어 왔다. 즉 electrostatic stabilization의 경우에는 pH 조절을 통하여 입자표면을 큰 표면전하를 가지게 하여 입자간의 반발력에 의해 안정하게 분산시키는 방법이며, steric stabilization은 계면활성제 등을 통해 입자간의 반발력을 가지게 하는 방법이다¹⁾. 따라서 다성분계의 분말에 대하여 electrostatic stabilization을 응용하여 원하는 균질하게 혼합된 복합분말을 얻음으로써 균질한 미세구조를 가지는 소결체를 제조할 수 있다. 이것은 두가지 방법으로 구분되는데, 그 한가지는 입자표면을 개질하여 그 표면특성을 바꾸는 "표면개질법(surface modification method)"이며, 또 한가지는 core 입자위에 이차상을 응집시키는 "Hetero 응집법(hetero coagulation: thick coating)"이다. 이 중 표면개질법을 본 연구에서 Al_2O_3 -SiC 복합체에 적용하였다. SiC 입자표면에는 3~5 nm의

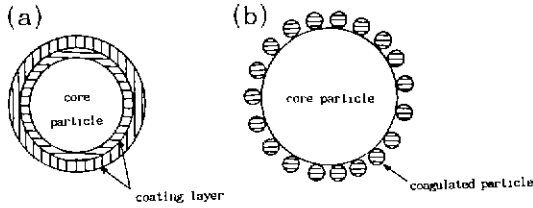


Fig. 1. Schematic diagram of coated type composite powders.

(a) coating (b) particle coagulation

얇은 비정질의 SiO₂층이 존재하므로 SiC는 SiO₂와 비슷한 pH=2 정도에 등전점이 존재하며 이 SiO₂층에 의해 SiC 입자표면은 전체적으로 OH⁻기로 하전되어 있다²⁾. 따라서 Persson³⁻⁵⁾ 등은 이 OH⁻기와 Al alkoxides(Al(OR)_n 형태)의 OR기는 화학흡착과 일련의 가수분해 및 축합반응에 의해 SiC 및 Si₃N₄ 입자표면에 coating을 행하여 이들 비산화물 표면을 alumina like surface로 만들 수 있다고 보고하였다. Kishi⁶⁾ 등은 β-sialon을 합성하는데 있어서 Al-alkoxides를 Si₃N₄ 표면에 coating하여 반응 소결함으로써 Si₃N₄와 Al₂O₃, AlN을 단순히 기계적으로 혼합한 것에 비해 균질한 미세구조를 얻었을 뿐만 아니라 강도값도 50 kg/mm²에서 80~90 kg/mm²으로 향상시킬 수 있음을 보였다. Hirano⁷⁾ 등은 SiO₂와 mullite와 같은 산화물의 표면에 Y(OR)₃와 Zr(OR)₄의 가수분해를 통하여 미세구조 및 물성이 향상된 mllite-Y-TZP 복합체를 제조하였다. 저팽창성 재료로 각광을 받고 있는 Al₂TiO₅는 Al₂O₃와 TiO₂를 단순한 기계적 혼합에 의해 제조할 경우 소결 후 냉각시에 열팽창계수차에 의해 미세균열을 생성시킬 수 있고 1200°C 이하에서 Al₂O₃-TiO₂로 다시 분해될 가능성이 있으며 입도분포 및 형상제어의 어려움이 있었다. 최근에는 이런 문제점을 해

결하기 위해 TiO₂ coated Al₂O₃ 복합분체를 합성하려는 연구가 활발히 진행되고 있다⁸⁻¹⁰⁾.

본 연구에서는 Al₂O₃-SiC 복합재료의 물성향상을 연구하기 위하여 표면개질법을 사용하여 이차상인 SiC 입자위에 기지상인 Al₂O₃로 피복된 피복형 Al₂O₃-SiC 복합분말을 제조하고 분말특성을 XRD, SEM, TEM, BET, 입도분석 등을 통해 연구하고자 하였다.

2. 실험방법

피복형 Al₂O₃-SiC 복합분말을 합성하기 위하여 Al₂O₃의 공급원으로는 Al-isopropoxide를 사용하였고 SiC는 상업용 미분말을 그대로 사용하였다. 또한 seed로는 상용 α-Al₂O₃(AKP-50, 평균입경 0.1 μm)를 사용하였으며 과대 입자와 응집체를 제거하기 위해서 분말을 에틸 알콜에 분산시킨 후 초음파 처리하였다. 알콕사이드에 대하여 30 mol 배에 해당하는 증류수와 이소프로필 알콜을 1 : 1의 부피비로 혼합한 후 NH₄OH로 pH를 11로 보정하였다. 여기에 미리 처리한 seed와 이차분산상인 SiC를 혼합하여 완전 분산을 위해 2시간 교반하였다. 이 용액에 벤젠(알콕사이드 1 g당 6 ml)에 완전히 용해시킨 Al-isopropoxide를 천천히 적하시켜 가수분해하였으며, 완전한 가수분해를 위해 약 3시간 유지한 후 건조하여 복합분말을 제조하였다. Seed의 양은 완전 전이한 α-Al₂O₃를 기준으로 변화시켰으며 Al₂O₃에 대한 SiC의 양을 5~30 wt%까지 5 wt% 단위로 변화시켜 첨가하였다. 이렇게 제조된 분말을 관상로 속에서 아르곤 분위기하에서 2시간 유지하였으며 또한 조성에 따라 하소온도를 변화시켜 하소하였다. 이렇게 합성한 분말의 측정 및 관찰은 전보¹¹⁾와 동일한 방법으로 수행하였다.

Table 1. Phase Changes of 5 wt% α-Al₂O₃ Seeded Composite Powders with SiC Content and Calcination Temperature (Calcined for 2 h in Ar at Each Temperature).

Sample		80°C	1000°C	1150°C	1200°C	1250°C	1300
Al ₂ O ₃	Major Phase	Bo	θ-, δ-	α-	α-	-	-
	Minor Phase	-	α-	-	-	-	-
Al ₂ O ₃ -5 wt% SiC	Major Phase	Bo	δ-, θ-	θ-	α-	α	-
	Minor Phase	-	α-	α-	-	-	-
Al ₂ O ₃ -15 wt% SiC	Major Phase	Bo	δ-, θ-	θ-, δ-	α-	α-	-
	Minor Phase	-	α-	α-	θ-	-	-
Al ₂ O ₃ -25 wt% SiC	Major Phase	Bo	δ-, θ-	δ-, θ-	θ-	α-, θ-	α-
	Minor Phase	-	-	α-	α-	-	-

Where Bo: Boemite (γ-AlOOH), δ-: δ-Al₂O₃, θ-: θ-Al₂O₃, α-: α-Al₂O₃

3. 결과 및 고찰

3.1. 상분석

Boehmite(γ -AlOOH)에서 γ -, δ -, θ -Al₂O₃로의 전이과정은 결정구조의 변화없이 이루어지는 topotactic 전이로 알려져 있으며¹²⁾, $\theta \rightarrow \alpha$ -Al₂O₃로의 전이는 재조직형 상 전이로서 핵생성과 성장과정에 의해 전이하므로 높은 활성화에너지를 가지게 된다 즉 θ -Al₂O₃ 기지내에 HCP 구조의 핵이 자발적으로 생성되고 그 핵을 중심으로 α 상이 성장하게 되며 결과적으로 α -Al₂O₃ 단일상을 얻기 위해서는 1200°C 이상의 온도를 필요로 한다. 따라서 이러한 활성화에너지 장벽을 낮추려는 연구의 일환으로 Messing^{13,14)} 등은 boehmite에 α -Al₂O₃를 seed로 첨가하여 전이제어를 함으로써 저온에서 α -Al₂O₃를 제조할 수 있다고 하였다. Fig. 2는 Al₂O₃-15 wt% SiC 조성에 대하여 seed의 양을 0, 1, 2.5, 5 wt%로 변화시키며 첨가하여 1250°C에서 2시간 Ar 분위기에서 하소한 분말의 XRD 분석결과이다(Al₂O₃ 단みに 대한 seed 첨가효과는 Table 1에서 비교 설명함). Seed를 전혀 첨가하지 않은 (A)의 경우 주상은 거의 θ -Al₂O₃였으며 α -Al₂O₃가 겨우 생성되

기 시작하였다. Seed의 양이 증가함에 따라(Fig. 2의 (B) \rightarrow (D)) 집착로 θ -Al₂O₃는 감소하고 있으며 상대적으로 α -Al₂O₃의 양이 증가하여 5 wt% seeding하였을 때 완전히 α -Al₂O₃로 전이함을 알 수 있다. 이와같이 seed의 양이 증가함에 따라 전이온도가 감소하는 것은 단위부피당 핵의 빈도가 증가하였기 때문이다. Fig. 3은 앞의 XRD 결과에 따라 5 wt% seeding을 한 Al₂O₃-15 wt% SiC 조성에 대해 하소온도에 따른 XRD 분석결과이다. 가수분해를 통해 얻은 분말은 주로 boehmite와 β -SiC였다. Yoldas¹⁵⁾은 Al alkoxides를 가수분해하여 얻은 수산화물의 형태는 가수분해 온도에 따라 달라지며 상온의 물로 가수분해하면 비정질의 monohydroxide를 생성하고 80°C 이상의 물로 가수분해하였을 때는 boehmite가 생성된다고 하였다. 그러나 본 연구에서는 상온의 물로 가수분해하였음에도 boehmite상이 관찰된 것은 첨가한 이소프로필 알콜이 알루미늄산화물의 가수분해 반응을 방해하여 reesterification이 진행되었기 때문에 boehmite상이 생성되었다고 생각된다. 이러한 분말을 1000°C에서 열처리하면 δ -와 θ -상으로 전이하며 온도가 증가함에 따라

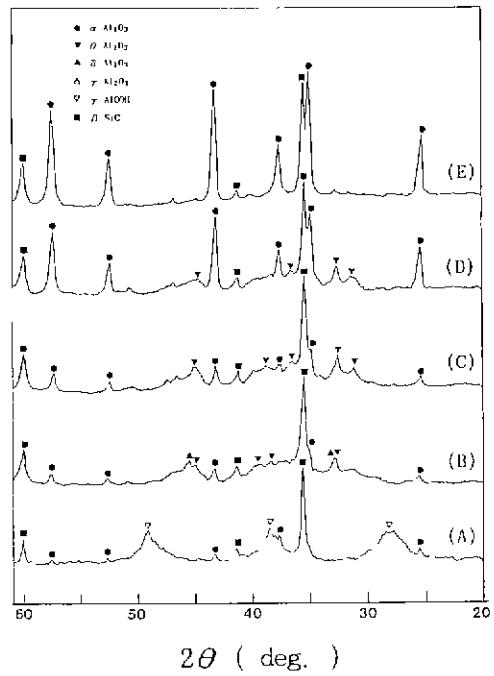
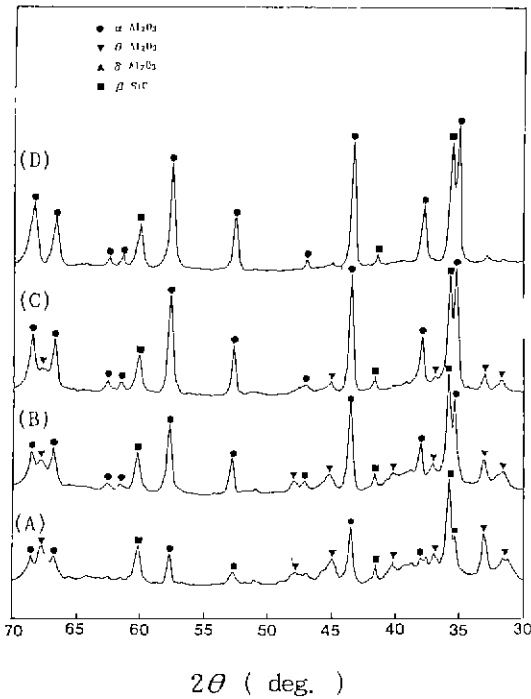


Fig. 2. XRD patterns of Al₂O₃-15 wt% SiC powders calcined at 1250°C for 2 h in Ar. (A) non-seed (B) 1 wt% seed (C) 2.5 wt% seed (D) 5 wt% seed

Fig. 3. XRD patterns of 5 wt% seeded Al₂O₃-15 wt% SiC powders calcined for 2 h in Ar at (A) 80°C (B) 1000°C (C) 1150°C (D) 1200°C (E) 1250°C

δ -, θ -상은 점차로 소멸되고 1250°C 에 이르러서는 완전히 α - Al_2O_3 로 전이되었다. Fig. 2(A)와 Fig. 3(D)를 비교하여 보면 seeding을 하지 않은 Fig. 2(A)는 하소온도가 1250°C 임에도 불구하고 5 wt% seeding을 하여 1200°C 에서 하소한 Fig. 3(D)의 경우보다 α - Al_2O_3 의 결정화가 덜 진행된 것을 관찰할 수 있었다. Rao¹⁶⁾ 등에 의하면 전이 활성화에너지의 대부분은 nucleation 과정에서 소비된다고 보고하고 있다. 따라서 α - Al_2O_3 전이시에는 seeding에 의해 nucleation 과정보다는 성장과정에 대부분의 활성화에너지가 소비되어 이와같이 낮은 온도에서 seeding을 하여 하소한 분말의 결정화가 더 많이 진행되어 있다고 생각된다. Table 1은 각 조성에 있어서 seed의 양을 5 wt% 첨가하여 SiC 첨가량에 따른 α - Al_2O_3 의 전이온도 변화를 나타내었다. Al_2O_3 단일의 경우는 1000°C 에서 이미 α - Al_2O_3 가 생성되기 시작하여 1150°C 에서는 완전히 α - Al_2O_3 단일상을 얻을 수 있었다. 그러나 Al_2O_3 -5 wt% SiC, Al_2O_3 -15 wt% SiC, Al_2O_3 -25 wt% SiC로 SiC 조성이 늘어남에 따라 완전히 α - Al_2O_3 단일상을 얻을 수 있는 온도는 각각 1200°C, 1250°C, 1300°C 로 증가함을 관찰할 수 있었다. Wei¹⁷⁾ 등은 비정질의 SiO_2 가 존재하게 되면 Al_2O_3 의 전이시에 nucleation을 방해하여 α - Al_2O_3 의 전이온도를 증가시킨다고 보고하고 있다. 본 연구에서는 분산조건을 pH=11로 하였으므로 seed인 α - Al_2O_3 (등전점=pH 8~9)와 β -SiC(등전점 p=2) 입자는 서로 응집되지 않을 것으로 생각되며, β -SiC 입자 주위에 coating된 boehmite 입자에서는 seeding 효과가 나타나지 않을 것으로 생각된다. 따라서 β -SiC 표면에 존재하는 얇은 SiO_2 또는 SiC 입자는 θ - Al_2O_3 에서 α - Al_2O_3 로의 전이를 방해하여 SiC 조성이 증가함에 따라 α - Al_2O_3 로의 전이온도가 증가되었다고 생각된다.

3.2. 합성한 피복형 복합분말의 특성

Fig. 4에는 Al_2O_3 -15 wt% SiC 조성에서 각 방법으로 합성한 분말의 FTIR 분석결과를 나타내었다. (a)는 본 연구에서 합성한 가수분해 생성물로서 492, 625 cm^{-1} 에 boehmite의 특성 피크가 관찰되고 있다. (b)는 이 분말을 1250°C 에서 2시간 하소하여 얻은 Al_2O_3 -SiC 복합 분말로서 444, 584, 647 cm^{-1} 에 Al-O 결합, 즉 α - Al_2O_3 의 특성피크를 나타내고 있다. (c)는 전보¹¹⁾에서 보고한 분산형 복합분말의 FTIR 데이터로서 (b)와 비슷하게 α - Al_2O_3 의 특성피크가 관찰되고 있으며 또한 826 cm^{-1} 에 SiC에 해당하는 피크가 관찰되고 있다. (d)는 본 연구에서 사용한 상업용 SiC의 FTIR 데이터인데 특이할 사실은 (b)에서는 이러한 SiC의 특성피크가 관찰되지

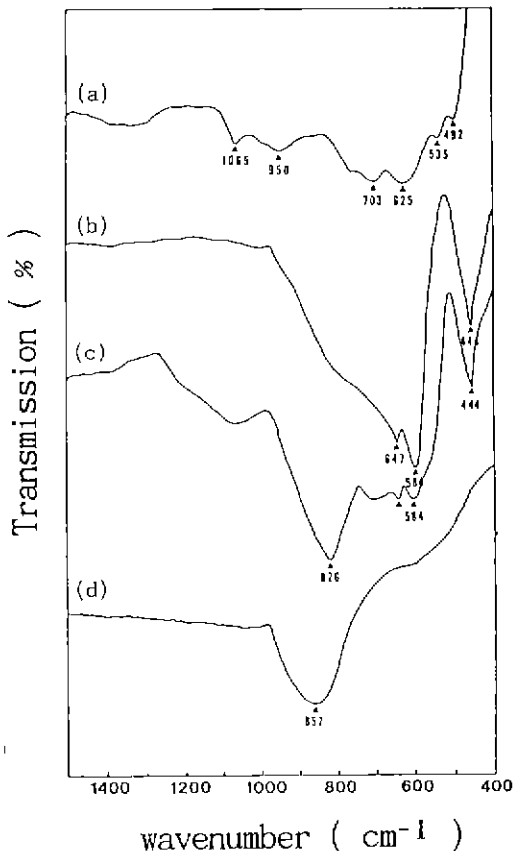


Fig. 4. Comparison of FTIR spectrum for Al_2O_3 -15 wt% SiC composite powders on various process. (a) Hydrolysis products before calcination. (b) Products from (a) calcinated at 1250°C for 2 h in Ar. (c) Powders from ref 11): Dispersed type composite powders. (d) Commercial SiC powder.

Table 2. Mean Particle Sizes and Specific Surface Areas of Synthesized Powders

Compositions	Average Particle Size (μm)	Specific Surface Area (m^2/g)
Al_2O_3	0.60	8.39
Al_2O_3 - 5 wt% SiC	0.82	18.14
Al_2O_3 -15 wt% SiC	0.95	13.45
Al_2O_3 -25 wt% SiC	1.32	10.42

않는다는 사실이다. FTIR 데이터는 존재하는 분자종과 분말표면의 environment를 나타내므로 합성한 피복형 복합분말은 SiC가 효과적으로 Al_2O_3 로 coating되어 있

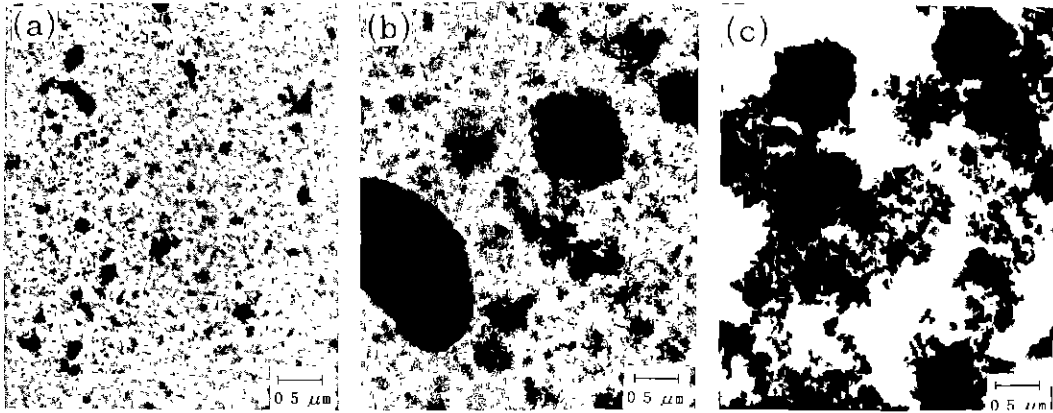


Fig. 5. Transmission electron micrographs of Al₂O₃-15 wt% SiC powders calcined for 2 h in Ar at (a) 80°C (b) 1000°C (c) 1250°C.

다고 생각된다

Table 2에는 합성한 피복형 복합분말의 평균입경 및 비표면적을 나타내었다. Table 1에 나타내었듯이 각 조성에서 전이온도가 달라지므로 완전히 α-Al₂O₃와 β-SiC 상단이 관찰되는 온도에서 하소한 분말에 대해 평균입경 및 비표면적을 측정하였다. 합성한 Al₂O₃ 단미의 경우는 평균입경이 0.6 μm로 첨가한 상업용 β-SiC와 거의 비슷한 입자크기를 보이고 있으며 이는 Fig. 6(a)의 SEM 사진과도 잘 일치하고 있다. 그러나 SiC가 많은 조성일수록 평균입경은 증가하는 경향을 보이고 있다 비표면적은 Al₂O₃ 단미가 8.39 m²/g인 반면 Al₂O₃-5 wt% SiC 조성에서는 18.14 m²/g로 급격한 증가를 보였다 이는 첨가한 SiC 입자가 완전한 구형입자가 아니므로 생성된 피복층은 균일한 두께를 가지지 않을 것으로 생각되며 피복층은 porous함으로 인해 이와같이 높은 비표면적을 나타내었다고 생각된다.

또한 Lidén⁹⁾ 등은 SiC 또는 Si₃N₄ 표면에 Al-alkoxide를 가수분해하여 표면개질층을 함에 있어 흡착되는 Al-alkoxide의 양이 증가하게 되면 비표면적이 증가한다고 보고하였다. 본 연구에서는 알루미늄이나 기지물질로 과량 첨가되었으므로 흡착된 Al ion의 양이 많아 비표면적이 증가하였다고 생각된다. 또한 Al₂O₃-15 wt% SiC, Al₂O₃-25 wt% SiC 조성에서 다시 비표면적이 감소하는 것은 SiC가 많은 조성일수록 SiC가 적은 조성에 비해 상대적으로 가해주는 Al-alkoxide의 양이 적어지므로 그만큼 흡착되는 Al ion의 양이 작기 때문이라고 생각된다.

Fig. 5는 Al₂O₃-15 wt% SiC 조성에 대해 하소온도에 따른 투과형전자현미경 사진이다. (a)는 가수분해 생성

물로 nanometer 크기의 극미세입자들로 구성되어 있었으며 XRD로는 주로 boehmite와 β-SiC였다. (b)는 1000 °C에서 하소한 분말로서 입자들이 입성장이 일어나 응집된 형상이 관찰되나 여전히 수십 nanometer의 미세한 입자들로 구성되어 있으며 XRD로는 주로 θ-, δ-Al₂O₃이며 α-Al₂O₃도 약간 관찰된다. (c)는 XRD로 완전히 α-Al₂O₃와 β-SiC로 관찰되며 매우 심한 응집현상을 보이고 있다. Fig. 6(a)는 Fig. 5(c)와 같은 복합분말의 SEM 사진이다. Fig. 5(c)와 비슷하게 α-Al₂O₃는 구형의 입자들로 응집되어 있으며 입자크기와 비슷한 크기의 기공들도 관찰된다. (b)와 (b')은 가수분해 생성물의 투과전자현미경 사진으로 SiC 입자는 수백 nanometer의 boehmite 입자들에 의해 불규칙하게 coating되어 있었다.

4. 결 론

Al-isopropoxide와 상업용 SiC를 출발물질로 하여 액상법의 일종인 표면개질법을 사용하여 피복형 Al₂O₃-SiC 복합분말을 합성하고 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) α-Al₂O₃ 단미는 전이온도가 1150°C 정도인데 비해 SiC 조성이 5, 15, 25 wt%로 증가함에 따라 각각 1200, 1250, 1300°C로 증가하였으며, α-Al₂O₃의 seeding에 의해 α-Al₂O₃로의 전이온도를 감소시킬 수 있었다.

2) 합성한 피복형 Al₂O₃-SiC 복합분말의 평균입경은 SiC 조성이 증가함에 따라 증가하는 경향을 보였다. 또한 비표면적은 Al₂O₃ 단미에 비해서는 증가하였으나 SiC 조성이 증가함에 따라 다시 감소하는 경향을 보였는데 이는 피복층 자체의 두께가 불균일할 뿐 아니라 porous하기 때문이라고 생각된다.

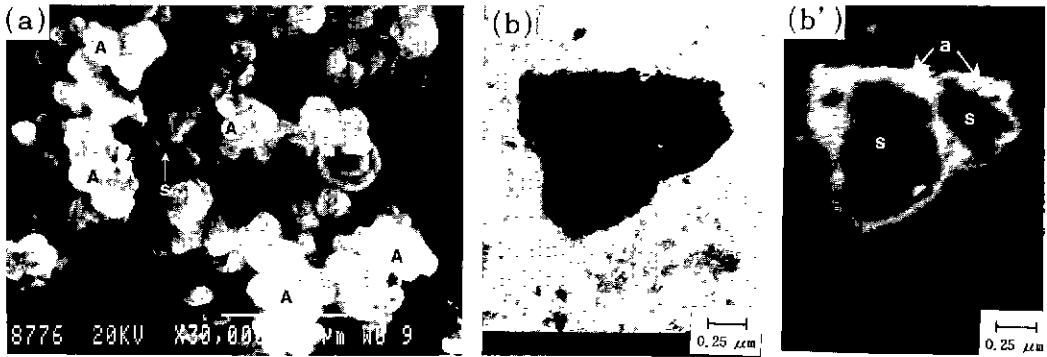


Fig. 6. The morphologies of coated composite powders (Mark is representing that A is Al_2O_3 , S is SiC and a is $\gamma-AlOOH$).

- (a) Scanning electron micrograph (calcined at 1250°C for 2 h in Ar).
- (b) Transmission electron micrograph (bright-field image).
- (b') Transmission electron micrograph (dark-field image).

3) FTIR 데이터 분석 및 전자현미경 관찰 결과 SiC 입자 주변에는 Al_2O_3 입자로 효과적으로 피복되어 있음을 알 수 있었다.

후 기

본 연구는 '93년도 교육부 신소재 분야 연구지원(Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials)에 의해서 이루어졌음.

REFERENCES

1. Akio KATO, "Ceramics and Chemistry-Chemical Processing in Ceramics," pp. 123-135 in Ceramics: Toward the 21st century: Centennial International Symposium Edited by Naohiro Soga, Akio Kato. The Ceramic Society of Japan (1991).
2. M.N. Rahaman, Y. Boiteux and L.C. Dejonghe, "Surface Characterization of Silicon Nitride and Silicon Carbide," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **65**(8), 1171-1176 (1986).
3. M. Persson, "Process for Surface Modification of Oxide and Non-oxide Ceramic Raw Materials," SE Pat. 8603074-9 (1988).
4. E. Lidén, R. Carlsson, M. Persson and L. Bergström, "Surface Modification of Oxide and Non-oxide Ceramic Powders," pp. 482-499 in Ceramics: Toward the 21st Century: Centennial International Symposium Ed. by N. Soga, A. Kato, The Ceramic Society of Japan (1991).
5. E. Lidén, L. Bergstrom, M. Persson and R. Carlsson, "Surface Modification and Dispersion of Silicon Nitride and Silicon Carbide Powders," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **7**(6), 361-368 (1991).
6. K.K. Kishi, S. Umabayashi, E. Tani and K. Kobayashi, "Synthesis of β -Sialon from Si_3N_4 and Aluminum Isopropoxide," *Yogyo-Kyoaki-Shi*, **93**, 629-635 (1985).
7. S. Hirano, T. Hayashi and C. Kato, "Chemical Processing of Zirconia/Oxide Composites with Surface Modification through Metal Alkoxide Route," pp. 61-68 in Proceeding of the Second International Conference on Ceramic Powder Processing Science, Ed H. Hausner, G.L. Messing and S. Hirano, Deutsche Keramische Gesellschaft, Koln (1989).
8. A. Roosen and H.K. Bowen, "Powder Synthesis, Sintering Behavior and annealing of Titania coated Alumina," pp. 51-59, *ibid*.
9. H. Okamura, E.A. Barringer and H.K. Bowen, "Preparation and Sintering of Monosized Al_2O_3 - TiO_2 Composite Powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(2), C22-24 (1986).
10. Y. Takahashi and J. Chizaki, "Titania Coating of Alumina Powders," *J. Ceram. Soc. Jpn. Inter.*, **96**, 238-244 (1988).
11. H.L. Lee and K.Y. Kim, "Synthesis of Al_2O_3 -SiC Composites from Alkoxides and Their Characterization: I. Synthesis of Dispersed Type Al_2O_3 -SiC Composite Powders," *J. Kor. Ceram. Soc.* to be published.
12. P.K. Iler, "Fibrillar Colloidal Boehmite: Progressive Conversion to Gamma, Theta and alpha Alumines," *J. Am. Ceram. Soc.*, **44**(12), 618-624 (1961)
13. M. Kumagai and G.L. Messing, "Controlled Transformations of Al_2O_3 -SiC Composite Powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(12), 3253-3258 (1992).

- mation and Sintering of a Boemite Sol-Gel by α -Alumina Seeding," *ibid.*, **68**(9), 500-505 (1985).
14. M. Kumagai and G.L. Messing, "Enhanced Densification of Boemite Sol-Gels by α -Alumina Seeding," *ibid.*, **67**(11), C230-C231 (1984).
15. B.E. Yoldas, "Hydrolysis of Aluminum Alkoxide and Bayerite Conversion," *J Appl. Chem. Biotechnol.*, **23**, 803-809 (1973).
16. C.N. Rao and K.J. Rao, "Phase Transformation in Solids," in *Progress in Solid State Chem.*, Vol. 4, 67 (1967).
17. W.C. Wei and J.W. Halloran, "Phase Transformation of Diphasic Aluminosilicate Gels," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(3), 166-172 (1988).